

## 핵물질 측정을 위한 LIBS 실험의 최적화 조건 분석

김연실, 한보영, 정정환, 신희성, 김호동  
 한국원자력연구원, 대전시 유성구 대덕대로 1045  
 ysk01@kaeri.re.kr

### 1. 서론

LIBS(Laser Induced Plasma Spectroscopy)는 고출력 레이저를 시료 표면에 조사하고, 이로 인해 국소적인 표면에서 생성되는 플라즈마를 집광하여 시료의 성분을 정성적, 정량적으로 분석하는 기술이다. 이것은 짧은 분석 시간이 소요되며, 실시간으로 측정이 가능하며 원격으로 처리가 가능하기 때문에 방사선 환경에서 사용이 가능한 장점이 있다<sup>[1]</sup>. 본 연구는 현재 핵물질 측정을 위한 목적으로 실험 시 발생할 수 있는 실험의 오차를 최소화 하고자 본 실험에 들어가기 전 필요한 실험의 최적화를 위한 조건을 분석하고 있는 과정이며, 본 연구에서는 여러 가지 조건들 중, 샘플과 집광렌즈(L2) 사이의 각도, 샘플과 렌즈(L1)사이의 거리(d2)에 따른 발광 신호<sup>[2]</sup>를 측정하여 이들이 실험에 미치는 영향을 확인하였다.

### 2. 본론

#### 2.1 실험 조건

실험을 위해 1064 nm의 Nd:YAg 레이저를 사용하였다. 레이저의 펄스폭은 6-8 ns이며, 반복률은 20 Hz이다. 25 mJ의 레이저 펄스 에너지를 사용하였으며, 포커싱 길이가 100 mm인 렌즈(L1)로 레이저빔을 집광시켰다. 레이저와 렌즈(L1) 사이 거리(d1)은 100 mm, 샘플과 집광렌즈(L2) 사이의 거리는 렌즈의 포커싱길이인 75 mm로 고정하였다. 사용한 표준 시료인 BAS(Bureau of Analysed Sample) 463의 성분은 표 1과 같다.

Table 1. Composition of BAS 463

C(%)	Si(%)	Mn(%)	P(%)	S(%)	Cr(%)	Ni(%)
0.088	0.51	0.77	0.015	0.017	18.30	9.65

그림 1은 LIBS 실험을 위한 구상도이다. 아래와 같이 파이버로 연결된 렌즈(L2 & L3)를 통해 생성된 플라즈마를 집광하였다. 이러한 시그널은

분해능( $\lambda/\Delta\lambda$ )이 20000(FWHM)인 ESAWIN 4000 모델의 분광기를 통해 분석된다. 검출영역은 190 nm부터 420 nm 이며, 이를 위해 Gate Width는 4  $\mu$ s 와, Gate delay를 1  $\mu$ s 로 지정해 주었다.

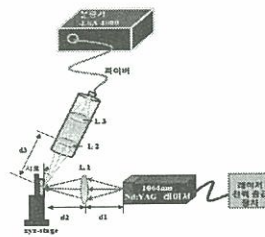


Fig. 1. Schematic diagram of LIBS experiment

첫 번째 실험은 각도( $\theta$ )에 따른 시그널의 변화를 보는 실험으로써 그림 1과 같이 d2 를 117 mm 로 고정하고, 샘플과 집광렌즈 사이의 각도( $\theta$ )를 10~60 °까지 10 ° 간격으로 변화시켜 주면서 시그널에 주는 영향을 확인해 보았다.

두 번째 실험은 첫번째 실험에서 최적화된 각도를 고정하고, d2 를 렌즈의 포커싱 길이인 100 mm를 기준으로 83 mm부터 147 mm 까지 변화시켜 주었을 때 나타나는 시그널의 크기를 비교하였다.

#### 2.2 결과 및 분석

##### 2.2.1 각도의 크기에 따른 시그널 비교

그림 2는 샘플과 집광렌즈 사이의 각도를 변화시켜 주었을 때, 샘플에 포함되어 있는 성분들을 나타낸 스펙트럼이다. 이론적으로는 샘플과 집광렌즈 사이의 거리가 렌즈의 포커싱 거리와 같다면, 이들이 이루는 각도와 무관하게 시그널의 크기는 일정해야 한다. 하지만 그림 2와 같이 각도에 따라 시그널의 차이가 나타났다.

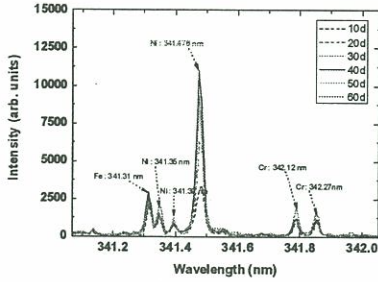


Fig. 2. Emission spectrum of Ni measured from the region of wavelength for each degree between sample and collecting lens(L2)

같은 각도로 각각 5번씩 실험을 반복하였으며, 그림 3과 같이 Ni의 형광밴드인 341.478 nm에서의 시그널의 크기를 이용하여 실험적인 상대오차를 통해 신뢰구간을 얻었다.

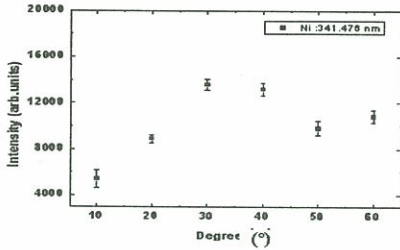


Fig. 3. Signal intensity with Standard deviation versus degree for six degree cases

6각도가 0°에서 30°까지는 샘플 홀더에 의해 집광렌즈에 도달하는 플라즈마의 양이 적어 측정되지 않거나 다른 각도에 비해 상대적으로 작은 시그널이 측정된 것을 확인할 수 있다. 30°에서 40°까지 시그널이 가장 잘 측정되었으며, 이것의 상대오차는 각각 3.5%, 4.1%로 신뢰할 만한 결과이다. 그리고 50°에서 60°의 시그널이 작아지는 것은, 각도가 커지면서 사방으로 방사되는 플라즈마를 집광할 때에 사용하는 렌즈(L2)와 레이저빔을 집광하는 렌즈(L1)에 의해 일부가 차단되어 감소했을 것으로 예측된다.

### 2.2.2 d2의 거리에 따른 시그널 비교

샘플과 집광렌즈(L2) 사이의 각도를 첫번째 실험에서 시그널이 가장 잘 측정된 40°로 고정하고, d2를 변화시켜 주었을 때, 측정되는 시그널

의 크기를 비교하였다.

그림 4와 같이 d2가 렌즈의 포커싱 길이에 비해 짧거나 길어질수록 시그널의 크기가 감소함을 확인 할 수 있었다. 그리고 L1의 포커싱 길이인 100 mm을 중심으로 4 mm 안팎으로 초점이탈 한 경우 최적의 시그널을 측정할 있었다.

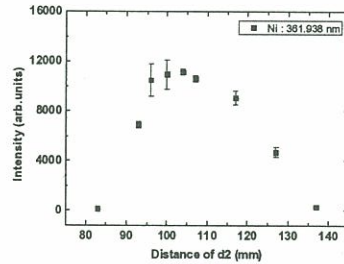


Fig. 4. Signal intensity with Standard deviation versus distance of d2 for nine distance cases

## 3. 결론

핵물질 측정을 위한 LIBS 실험의 최적화 조건 중 샘플과 플라즈마를 집광하는 렌즈(L2)사이의 각도와, 렌즈(L1)과 샘플 사이의 거리(d2)를 측정하였다. 그 결과 각도가 40°일 때, d2가 렌즈의 포커싱 길이를 중심으로 약 4mm 가감된 위치에서 가장 큰 시그널을 측정 할 수 있었다. 향후 플라즈마 발광 신호의 오차에 영향을 줄 수 있는 분위기, 샘플 표면 효과, 광섬유케이블, 압력 및 불꽃만 온도 등의 특성분석을 할 계획이다.

## 4. 감사의 글

본 연구는 교육과학기술부의 원자력 연구개발 중장기 계획사업의 일환으로 수행되었습니다.

## 5. 참고문헌

- [1] Handbook of laser-induced breakdown spectroscopy, David A.Cremers and Leon J.Radziemski, John Wiley & Sons, Ltd, p.171-194.
- [2] The effects of sampling geometry on elemental emissions in laser-induced breakdown spectroscopy, Multari, R.A., L.E.Foster, Applied Spectroscopy. 50. 1483-1499.